# (9) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**

# **® Offenlegungsschrift** <sub>(1)</sub> DE 3318828 A1

C23 C 15/00

(51) Int. Cl. 3:



**DEUTSCHES PATENTAMT** 

P 33 18 828.9 (21) Aktenzeichen: 24. 5.83 Anmeldetag: 29.11.84 Offenlegungstag:

**DE 33 18 828 A** 

### (7) Anmelder:

Interpane Entwicklungs- und Beratungsgesellschaft mbH & Co. KG, 3471 Lauenförde, DE

② Erfinder:

Gläser, Hans Joachim, Dr., 3472 Beverungen, DE

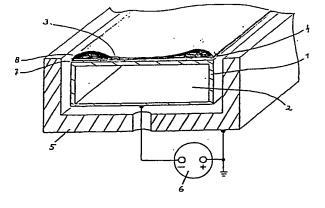


# Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(S) Verfahren zum Aufbonden von Targetmaterial auf Kathodenbasen zur Verwendung bei Beschichtungsverfahren mittels Kathodenzerstäubung

Es wird ein neuartiges Verfahren zum Aufbondern eines Targetmaterials auf eine rechteckige im wesentlichen ebene Fläche von Kathodenbasen zur Verwendung bei Beschichtungsverfahren mittels Kathodenzerstäubung angegeben. Zunächst wird die Fläche aufgerauht. Dann wird vorzugsweise galvanisch oder mittels Flammspritzen eine Haftvermittlerschicht auf die aufgerauhte Fläche aufgebracht. Anschließend wird mittels eines Flammspritzverfahrens das Targetmaterial aufgebracht. Diese Anordnung wird anschließend thermisch nachbehandelt, insbesondere gesintert, reduziert und verdichtet, und anschließend langsam abgekühlt. Das Targetmaterial kann entsprechend dem Erosionsprofil des Zerstäubungsverfahrens aufgespritzt werden. Auf diese Weise können Targetbeläge geringer Porösität und Oxidgehaltes und sehr guter Haftung erreicht werden, wodurch beim Zerstäuben ein explosionsartiges Absprühen von Targetteilchen und örtliche Überhitzungen vermieden werden.

Derart beschichtete Kathodenbasen sind insbesondere zur Beschichtung von großflächigen Glasscheiben mit Wismutund/oder einer Wismut/Mangan-Legierung geeignet. In einem solchen Fall eignet sich Nickel oder eine Nickel/Aluminium-Legierung besonders als Haftvermittler.



3318828

PATENTANWÄLTE

# MITSCHERLICH · GUNSCHMANN · KÖRBER · SCHMIDT-EVERS

ZUGELASSENE VERTRETER BEIM EUROPÄISCHEN PATENTAMT PROF. REPRESENTATIVES BEFORE THE EUROPEAN PATENT OFFICE MANDATAIRES AGREÉS PRES L'OFFICE EUROPEEN DES BREVETS

5

Dipl.-Ing. H. Mitscherlich
Dipl.-Ing. K. Gunschmann
Dipl.-Ing. Dr. rer. nat. W. Körber
Dipl.-Ing. J. Schmidt-Evers

10

Steinsdorfstraße 10 D-8000 München 22 Telefon (089) 29 66 84-86 Telex 523 155 mitsh d Psch-Kto. Mchn 195 75-803 EPA-Kto. 28 000 206

24. Mai 1983 Me/sh

INTERPANE
Entwicklungs- und Beratungsgesellschaft
mbH & Co. KG
Sohnreystraße 21
D-3471 Lauenförde/Weser

20

35

#### ANSPRÜCHE

Verfahren zum Aufbonden von Targetmaterial auf eine rechteckige im wesentlichen ebene Fläche von Kathodenbasen zur Verwendung bei Beschichtungsverfahren mittels Kathodenzerstäubung, bei dem die Fläche aufgerauht wird und das Targetmaterial auf die Fläche fest aufgebracht wird, dadurch gekennzeichnet, daß das Targetmaterial mittels eines Flammspritzverfahrens, wie thermisches Spritzen, Plasmaspritzen, Lichtbogenspritzen, aufgebracht wird.

 Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,

daß vor dem Flammspritzen des Targetmaterials eine Schicht eines Haftvermittlers auf die aufgerauhte Fläche

- 1 galvanisch oder durch Flammspritzen aufgebracht wird.
  - Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet,
- daß die Kathodenbasis mit dem Targetmaterial und gegebenenfalls dem Haftvermittler thermisch nachbehandelt, insbesondere unter Schutzgas-Atmosphäre gesintert und verdichtet wird.
- 10 4. Verfahren nach Anspruch 3,
  dadurch gekennzeichnet,
  daß bei der thermischen Nachbehandlung langsam abgekühlt wird.
- 15 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
  dadurch gekennzeichnet,
  daß das Targetmaterial entsprechend dem Erosionsprofil
  beim Zerstäubungsverfahren aufgespritzt wird.
- 20 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 5,
  dadurch gekennzeichnet,
  daß der Haftvermittler durch Schichten aus Aluminium,
  Nickel, Chrom und/oder Zink sowie Legierungen dieser
  Metalle gebildet ist.

25

- Verfahren nach Anspruch 6,
   dadurch gekennzeichnet,
   daß die Metalle mit Titan, Mangan, Silizium, Eisen,
   Molybdän, Wolfram, Kohlenstoff, Zinn und/oder Kobalt
   jeweils bis zu 5% dotiert sind.
- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7,
  dadurch gekennzeichnet,
  daß die Haftvermittlerschicht etwa 10 bis 100 µm dick
  ist.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Targetmaterial durch Wismut oder einer Wismut/Mangan-Legierung mit bis zu 0,6 Gewichtsprozent Mangan gebildet ist, daß die Haftvermittlerschicht aus Nickel oder einer Nickel/Aluminium-Legierung besteht, daß nach dem Aufbringen des Targetmaterials auf die Haftvermittlerschicht die so gebildete Kathodenbasis bei 400 °C unter Wasserstoff-Atmosphäre zwei Stunden lang gesintert und verdichtet wird und dann in 48 Stunden langsam abgekühlt wird.

1

VERFAHREN ZUM AUFBONDEN VON TARGETMATARIAL AUF KATHODENBASEN ZUR VERWENDUNG BEI BESCHICHTUNGS-VERFAHREN MITTELS KATHODENZERSTÄUBUNG

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufbonden von Targetmaterial auf eine rechteckige im wesentlichen ebene Fläche von Kathodenbasen zur Verwendung bei Beschichtungsverfahren mittels Kathodenzerstäubung gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

10

In den letzten Jahren hat die Vakuumbeschichtung mittels Kathodenzerstäubung als Beschichtungsverfahren für eine Reihe von Werkstoffen zunehmende Bedeutung gewonnen. Insbesondere können großflächige Glasscheiben (bis zu 3,18 x 6,00 m) auf diese Weise mit Sonnenschutz-, Wärmeschutz-, elektrisch leitenden und spiegelnden Schichten belegt werden.

20

15

Bei der Kathodenzerstäubung wird das zu beschichtende Material als Targetmaterial auf Kathodenbasen aufgebondet, von denen es während des Beschichtungsverfahrens mit Hilfe einer Gasentladung bei Unterdruck zerstäubt wird. Das zerstäubte Targetmaterial kondensiert anschließend auf der zu beschichtenden Oberfläche des Werkstoffes, beispielsweise der Glasscheibe.

30

35

25

Im Falle einer großflächigen Beschichtung bestehen die Kathodenbasen aus Rechteck-Rohren oder aus-Platten (mit im wesentlichen ebener Fläche), die zur Kühlung mit Kühlmitteln in Berührung gebracht sind. Dieses Kühlmittel kann beispielsweise im Inneren des Rechteck-Rohrs strömen. Beim Beschichten wird während des Zerstäubens eine Relativbewegung zwischen der Kathode, die durch die mit dem Targetmaterial versehene Kathodenbasis gebildet ist, und dem zu beschichtenden Werkstoff erreicht. In der Praxis wird entweder die Kathode

- oder der Werkstoff bewegt. Die Kathode muß dabei den zu beschichtenden Werkstoff senkrecht zur Bewegungsrichtung überdecken. Bei einem solchen Zerstäubungsverfahren wird mehr als 90% der zugeführten elektrischen Energie im Target in Wärme umgesetzt. Deshalb ist es wesentlich, daß das Targetmaterial guten thermischen Kontakt zur Kathodenbasis besitzt, damit es durch die Kühlung vor Überhitzung geschützt werden kann.
- Wird das Targetmaterial mittels Verbundguß auf die 10 Kathodenbasis aufgebracht, kommt es zu thermischen Spannungen zwischen Kathodenbasis und dem Targetmaterial, was zu Rißbildung im Target und damit sehr häufig zu einem Ablösen des Targetmaterials von der Kathodenbasis führt. Wird das Target auf die Kathodenbasis aufge-15 lötet, so ist der Erfolg als sehr unsicher anzusehen. Wegen der großen Targetfläche ist es nämlich nicht möglich eine vollkommene Flächenhaftung zwischen dem Targetmaterial und der Kathodenbasis zu erreichen. Somit können lokale Erhitzungen des Targetmaterials und Ablösun-20 gen auftreten. Wird das Targetmaterial auf die Kathodenbasis aufgepratzt, ist der thermische Kontakt ebenfalls meist ungenügend.
- Diese Verfahren zum Aufbringen des Targetmaterials auf die Kathodenbasis führen somit zu ungleichmäßigen Beschichtungen und damit zu Ausschuß.
- Es ist Aufgabe der Erfindung ein Verfahren zum Aufbonden des Targetmaterials auf eine Kathodenbasis anzugeben, mittels dem eine sichere Haftung erreicht werden kann.
- Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Targetmaterial mittels eines Flammspritzverfahrens, wie thermisches Spritzen, Plasmaspritzen, Lichtbogen-

spritzen, aufgebracht wird.

5

10

Vorteilhaft dabei ist unter anderem, daß das Targetmaterial dem Erosionsprofil während des Zerstäubungsverfahrens angepaßt werden kann. Bei allen Kathodenanordnungen erfolgt nämlich die Erosion infolge ionenoptischer Effekte nicht gleichmäßig über die gesamte
Targetfläche sondern linienförmig längs der längeren
Kathodenbasenkanten. Durch das Flammspritzverfahren ist
es auf einfache Weise möglich, das Targetmaterial dort
verdickt oder verstärkt aufzubringen, wo es bei der Zerstäubung bevorzugt abgetragen wird.

Das Flammspritzverfahrenkann jedoch zu schlecht haftenden Targetbelägen führen, die während des Zerstäubungsverfahrens explosionsartig absprühen oder abspringen. Zur Überwindung dieses Problems wird vor dem Flammspritzen des Targetmaterials eine Schicht eines Haftvermittlers auf die aufgerauhte Fläche galvanisch oder durch Flammspritzen auf zen aufgebracht. Auf diese Weise wird die Haftung des Targetbelages erheblich verbessert, so daß ein explosionsartiges Absprühen oder Abspringen von Target vermieden wird.

Die Erfindung wird durch die Merkmale der Unteransprüche weitergebildet. Insbesondere führt eine thermische Nachbehandlung zu einer Verringerung der Porösität des Targetbelags.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird das rechteckige Kathodenbasisrohr oder die rechteckige Kathodenbasisplatte zunächst durch Sandstrahlen aufgerauht und gereinigt. Nach dieser bei allen Bondtechniken üblichen

Vorbereitung wird auf die gesandstrahlte Fläche ein Haftvermittler mittels eines galvansichen Verfahrens oder

mittels eines Flammspritzverfahrens aufgebracht. Bei-1 spielsweise ist Nickel ein geeigneter galvanisch aufbringbarer Haftvermittler. Mittels Flammspritzens kann eine Nickel/Aluminium-Legierung aufgesprüht werden.

Vorzugsweise ist die Haftvermittlerschicht etwa 10 bis 100 µm dick. Auf den Haftvermittler wird nun ebenfalls mittels eines Flammspritzverfahrens das Targetmaterial, vorteilhaft entsprechend dem Erosionsprofil, aufgespritzt. Zum Flammspritzen können alle an sich üblichen 10

Flammspritzverfahren verwendet werden wie thermisches Spritzen, Plasmaspritzen, Lichtbogenspritzen. Die Kathodenbasis mit dem Haftvermittler und mit dem aufgespritzten Targetmaterial wird dann thermisch nach-

behandelt, und zwar unter Schutzgas- Atmosphäre gesin-

15 tert und gegebenenfalls reduziert.

5

Die Erfindung wird anhand des folgenden Beispiels näher erläutert:

In der erläuterten Weise konnten erfolgreich Wismut-20 und Wismut/Mangan-Legierungstargets hergestellt werden, wobei im Fall der Legierung dem Wismutpulver bis zu 0,6 Gewichtsprozent Mangan, vorzugsweise 0,3 bis 0,6 Gewichtsprozent Mangan, beigefügt waren. Der Targetbelag wurde auf eine Kathodenbasis, bestehend aus einem Recht-25 eck-Rohr mit den Abmessungen 30 x 80 x 3400 mm, einseitig auf einerder beiden breiten Seitenflächen aufgebracht. Zuvor wurde das gesamte Kathodenbasis-Rohr mit Korund gesandstrahlt und wurde ferner durch Flammspritzen auf die gewählte breite Seitenfläche eine 50 bis 100 µm 30 dicke Haftvermittlerschicht, bestehend aus einer Nickel/ Alumium-Legierung niedergeschlagen. Nach dem Auftrag dieser Haftvermittlerschicht wurde mit einer handelsüblichen Pulverspritzpistole das Wismut- bzw. Wismut/Mangan-Pulver bis zu einer Dicke etwa 4 mm entsprechend 35 dem Erosionsprofil des Targets aufgespritzt.

Diese so vorbereitete beschichtete Kathodenbasis wurde dann in einem Muffelofen zwei Stunden lang bei 400 °C unter Wasserstoff-Atmosphäre getempert und anschließend während 48 Stunden langsam abgekühlt.

Die so hergestellten Wismut- und Wismut/Mangan-Legierungs-Kathoden zeigten während des Zerstäubungsverfahrens kein explosionsartiges Sprühen. Metallurgische
Untersuchungen ergaben ferner, daß durch die Temperung
das aufgespritzte Pulver sintert und reduziert wird und außerdem
zwischen dem Haftvermittler und dem Targetmaterial eine Legierungsbildung erfolgt.

Anhand der Figuren 1 und 2 wird die Verwendung einer Kathode bei der Zerstäubung erläutert.
Es zeigen

10

- Fig. 1 schematisch eine Kathode mit einer Targetschicht gleichmäßiger Dicke,
- Fig. 2 eine Kathode mit an das Erosionsprofil angepaßter Dicke des Targetbelages.

Fig. 1 zeigt im Schnitt eine gegenüber einem nicht dargestellten zu beschichtenden Werkstoff offene wannenartige Anordnung, in deren Innenbereich eine Rechteck-25 rohr-Kathodenbasis 1 aufgenommen ist. In dem Innenraum 2 der Kathodenbasis 1 strömt ein Kühlmittel. Auf der freiliegenden breiten Seitenfläche 3 der Kathodenbasis 1 befindet sich ein Target 4. Die die Kathodenbasis 1 mit dem Target 4 aufnehmende Wanne bildet eine elek-30 trische Abschirmung 5. Zwischen der Abschirmung 5 und der Kathodenbasis 1 ist elektrisch ein Netzgerät 6 geschaltet, derart, daß eine Gleichspannung von bis zu 5 kV zwischen der Kathodenbasis 1 und der Abschirmung 5 liegt. Das Target 4 ist erfindungsgemäß gebildet und 35

besteht aus einer sehr dünnen Haftvermittlerschicht 7 auf der Seitenfläche 3 der Kathodenbasis 1 und einer darauf aufgebrachten Schicht 8 des Targetmaterials. Beim Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 1 ist die Schichtdicke gleichmäßig.

Zur Beschichtung großer Flächen ist es vorteilhaft,
wenn das Targetmaterial entsprechend einem Erosionsprofil aufgetragen ist, d.h. über die Breitenerstreckung
der Seite 3 der Kathodenbasis 1 einen profilierten Verlauf hat, wie er in Fig. 2 dargestellt ist.
In dem Bereich, in dem bevorzugt abgetragen wird, nämlich dem Kantenbereich der Seitenfläche 3, ist die
Schichtdicke des Targetmaterials vergleichsweise groß
gegenüber der Schichtdicke in der Mitte der Seitenfläche
3.

Patenyanwalt

10 - Leerseite -

